

Conservation des échantillons de sol en vue d'un dosage de l'azote minéral

par Ph. VIAUX
(I.T.C.F.)

avec la collaboration du personnel
du Syndicat pour l'Amélioration des Sols

RESUME

On étudie l'évolution de la teneur en azote minéral de sols conservés dans différentes conditions ainsi que des extraits de ces sols. Quatre types de méthode sont testés pour conserver les sols : le réfrigérateur, la congélation, le séchage, la terre + le liquide d'extraction. Six sols argilo-limoneux sont étudiés et la durée de conservation varie entre 1 et 22 jours. Plusieurs liquides d'extraction sont utilisés : KCl (N), CaSO₄ (0,5 g/l), CaSO₄ (0,5 g/l) + CuSO₄ (2,5 g/l).

La conservation au réfrigérateur permet de garder les échantillons intacts pendant 48 heures maximum. La congélation permet une conservation plus longue, à condition que la congélation et la décongélation soient très rapides. La conservation de sols au contact de liquide extractif entraîne une diminution très rapide de l'azote nitrique et une augmentation de l'azote ammoniacal. Les extraits de sols se conservent bien avec les liquides extractifs que nous avons utilisés.

De 1977 à 1979, l'I.T.C.F. a réalisé successivement, avec la collaboration du S.A.S.*, trois études destinées à mettre au point une ou plusieurs méthodes pour conserver les échantillons de sol en vue du dosage de l'azote nitrique et de l'azote ammoniacal.

La bibliographie existant sur le sujet est dans l'ensemble assez contradictoire et ne fournit aucune méthode satisfaisante (1).

Pourtant le problème posé nécessite que l'on s'y attache. En effet, le développement d'une fertilisation azotée raisonnée passe par de nombreux dosages de ce type. Or, le prélèvement perturbe le sol de manière telle que s'il s'écoule un délai important (supérieur à quelques heures) entre celui-ci et le dosage, le résultat sera sans signification.

* Adresse : S.A.S., 78440 Gargenville.

Dans la pratique, on se trouve donc en face de deux difficultés :

- Pour le laboratoire, des pointes de travail insurmontables si l'on veut traiter un grand nombre d'échantillons au fur et à mesure de leur arrivée au laboratoire ;
- Pour les expérimentateurs, l'impossibilité de faire réaliser toutes les analyses par un même laboratoire car les champs d'essais sont trop éloignés du laboratoire.

Les premiers travaux réalisés en 1977 ont essentiellement montré les difficultés qui s'attachent à de telles études. Aucune conclusion n'a pu en être tirée sinon que les échantillons évoluent extrêmement rapidement dès le prélèvement.

On a pu d'autre part mettre en évidence qu'il fallait faire un premier dosage dans l'heure qui suit le prélèvement, qu'il était nécessaire de faire de nombreuses répétitions des traitements pour connaître la répétabilité de la méthode et enfin qu'il fallait travailler sur plusieurs types de sol.

C'est sur un protocole, tenant compte des remarques précédentes, qu'ont été bâtis les deux essais réalisés en 1978 et 1979.

Trois types de sol ont été choisis :

- Une terre pauvre en azote minéral ;
- Une terre riche en azote minéral ;
- Une terre riche en matière organique.

Pour chaque terre, un échantillon important était prélevé et mélangé, puis divisé en cinq tas. Chaque tas, étant lui-même remélangé, a ensuite été considéré comme une répétition.

On a ensuite prélevé dans chacun des tas la terre nécessaire pour chaque méthode de conservation étudiée.

Plusieurs liquides extractifs ont été testés :

— En 1978 :

- A = du gypse (CaSO_4) à 0,5 g/l ;
- B = du gypse à 0,5 g/l + du CuSO_4 à 2,5 g/l ;
- C = du KCl (N) ;

— En 1979 :

- A = du gypse (CaSO_4) à 0,5 g/l ;
- C = du KCl (N).

Les méthodes d'analyse utilisées étaient :

— En 1978 :

- NH_4^+ : colorimètre manuel ;
- NO_3^- : ionomètre ;

— En 1979 :

- NH_4^+ } colorimètre automatique
- NO_3^- }

(cette technique a permis d'avoir des résultats beaucoup plus précis qu'en 1978, en particulier pour le dosage de NH_4^+).

Le rapport terre/liquide extractif a toujours été de 1/2.

Plusieurs méthodes de conservation ont été étudiées : 5 en 1978 et 4 en 1979. Ces méthodes seront décrites en détail pour chacun des essais.

La durée de conservation de l'échantillon a varié entre 0 et 22 jours pour 1978 et entre 0 et 7 pour 1979.

I. — CARACTERISTIQUES DES ESSAIS.

1. CARACTERISTIQUES DES SOLS - SOILS CHARACTERISTICS.

<u>Essais 1978</u>	Sol 1 Terre riche en azote	Sol 2 Terre riche en M.O.	Sol 3 Terre pauvre en azote
Texture	Argilo-limoneux	Argilo-limoneux	Argilo-limoneux
Calcaire (%)	2,9	0,9	1,2
pH (H ₂ O)	7,6	7,1	7,2
MO (%)	2,5	4,0	1,7
N minéral : NO ₃ ⁻ + NH ₄ ⁺ (kg/ha)	315,0	40,0	45,0

<u>Essais 1979</u>	Sol 4 Terre pauvre en azote	Sol 5 Terre riche en azote	Sol 6 Terre riche en M.O.
Texture	Argilo-limoneux	Argilo-limoneux	Argilo-limoneux
Calcaire (%)	0,3	0,3	18,0
pH (H ₂ O)	6,6	7,0	7,6
MO (%)	1,7	2,0	5,8
N minéral : NO ₃ ⁻ + NH ₄ ⁺ (kg/ha)	22,0	90,0	60,0

2. METHODES DE CONSERVATION ETUDIEES (tableau 1 pour 1978, tableau 2 pour 1979).

a) **Réfrigération** (température + 5°C) :

Les sacs de plastique contenant des échantillons d'environ 500 g ont été mis au réfrigérateur immédiatement après le mélange de terre et le partage en tas.

b) **Congélation** :

— **Essais de 1978 : température — 10 °C :**

Les sacs plastique contenant des échantillons d'environ 500 g ont été congelés immédiatement après la mise en sac. Bien qu'aucune mesure n'ait été réalisée, il est probable que la température (— 10 °C) n'a été atteinte qu'au bout de plusieurs heures au cœur des échantillons.

Les extractions ont été réalisées une fois l'échantillon décongelé, c'est-à-dire environ 9 heures après la sortie du congélateur.

— **Essais de 1979 :**

La terre fraîche (100 cm³ environ) est mise dans les pots d'extraction, la congélation est réalisée rapidement (en 1 heure) à — 30 °C, puis la température est stabilisée à — 24 °C. La décongélation est réalisée par le simple ajout de 200 cm³ de liquide extractif.

TABLEAU 1. — Traitements réalisés en 1978 - Treatments of soils in 1978

Type de conservation	Terre	Date d'analyse	Liquide extractif	
Témoin terre fraîche	1 - 2 et 3	T0	- KCl * (N) - CaSO ₄ (0,5 g/l) - CaSO ₄ (0,5 g/l) + CuSO ₄ (2,5 g/l)	
Réfrigérateur	1	T0 + 7 j, T0 + 14 j, T0 + 22 j	idem	
	2	T0 + 2 j, T0 + 7 j, T0 + 15 j		
	3	T0 + 2 j, T0 + 7 j, T0 + 13 j		
Congélateur	1	T0 + 7 j, T0 + 14 j, T0 + 22 j	idem	
	2	T0 + 2 j, T0 + 7 j, T0 + 15 j		
	3	T0 + 2 j, T0 + 7 j, T0 + 13 j		
Séchage	+ 40° C	1	T0 + 1 j, T0 + 7 j, T0 + 22 j	idem
		2	T0 + 1 j, T0 + 7 j, T0 + 14 j	
		3	T0 + 2 j, T0 + 9 j, T0 + 13 j	
	+ 65° C	1	T0 + 1 j, T0 + 7 j, T0 + 22 j	idem
		2	T0 + 1 j, T0 + 7 j, T0 + 14 j	
		3	T0 + 2 j, T0 + 9 j, T0 + 13 j	
	Radiateur	1	T0 + 1 j, T0 + 7 j, T0 + 22 j	idem
		2	T0 + 1 j, T0 + 7 j, T0 + 14 j	
		3	T0 + 2 j, T0 + 9 j, T0 + 13 j	
Terre + liquide extractif	+ 5° C et + 22° C	1	T0 + 7 j, T0 + 14 j	idem
		2	T0 + 2 j, T0 + 7 j	
		3	T0 + 2 j, T0 + 8 j	

* Uniquement pour mesure de NH₄⁺.

c) Séchage :

Les échantillons ont été séchés sur des plateaux de trois façons :

— 40 °C }
— 65 °C } à l'étuve pendant 24 heures ;

— sur un radiateur (environ 22 °C) pendant 24 à 48 heures jusqu'au séchage complet.

Une fois secs, les échantillons sont stockés à l'air ambiant. Ils seront broyés le jour de l'analyse.

En 1979, seul le séchage à 40 °C à l'étuve a été étudié.

d) Terre + liquide extractif :

Les échantillons de terre sont mis dans des pots d'extraction contenant le liquide extractif étudié. L'agitation et la filtration ont lieu le jour de l'analyse.

CONSERVATION DES ECHANTILLONS DE SOL

La conservation des pots contenant la terre + le liquide extractif a été réalisée à température ambiante ou au réfrigérateur (+ 4°C).

e) Conservation des filtrats :

Au lieu de conserver la terre fraîche, on réalise l'extraction, puis on filtre immédiatement. On conserve ensuite les filtrats pendant plusieurs jours au réfrigérateur ou à température ambiante.

TABLEAU 2. — *Traitements réalisés en 1979 - Treatments of soils in 1979*

Type de conservation	Date d'analyse	Liquide extractif
Témoin terre fraîche	T ₀	- KCl (N) - CaSO ₄ (0,5 g/l)
Séchage à l'étuve (+ 40° C)	T' ₀ (dès que la terre est sèche) T ₀ + 48 heures T ₀ + 7 jours	- KCl (N) - CaSO ₄ (0,5 g/l)
Congélation de terre fraîche (congélation à - 30° C puis conservation à - 24° C)	T' ₀ (dès que la terre est congelée) T ₀ + 48 heures T ₀ + 7 jours	Décongélation : - dans KCl (N) - dans CaSO ₄ (0,5 g/l)
Terre + liquide extractif au réfrigérateur (+ 4° C)	Filtration et analyse à : - T ₀ + 24 heures - T ₀ + 48 heures - T ₀ + 7 jours	- KCl (N) - CaSO ₄ (0,5 g/l)
Filtrats (après extraction) 0 + 4° C et + 18° C	T ₀ + 24 heures T ₀ + 48 heures T ₀ + 7 jours	- KCl (N) - CaSO ₄ (0,5 g/l)

II. — RESULTATS.

1. INCIDENCE DES METHODES D'EXTRACTION ET DE DOSAGE.

a) Dosage NO₃ :

Bien que les dosages aient été réalisés avec des méthodes différentes en 1978 et en 1979, les résultats sont parfaitement comparables.

Tous les liquides extractifs utilisés donnent des résultats équivalents à condition que le temps de contact terre + liquide extractif reste court (30 minutes).

b) Dosage NH₄ :

Le principe des dosages était identique en 1978 et 1979 ; cependant, la précision des résultats a été meilleure en 1979 avec la colorimétrie automatique. On observe par contre des différences de mesures importantes suivant que le liquide extractif est du KCl ou du CaSO₄ (ou CaSO₄ + CuSO₄). En effet, l'ion K⁺ permet de déplacer en partie les ions NH₄⁺ du complexe adsorbant et les met en solution, par contre les ions Ca⁺⁺ ou Cu⁺⁺ ne déplacent pratiquement pas les ions NH₄⁺. Le dosage de

NH₄ après extraction avec CaSO₄ (ou CaSO₄ + CuSO₄) donne toujours des valeurs très faibles (souvent à la limite du dosable) ; par contre, avec KCl comme liquide extractif, les teneurs en NH₄, bien que faibles, sont toujours suffisamment élevées pour être facilement dosables.

Il nous a paru intéressant de conserver malgré tout les mesures de NH₄ extrait avec du CaSO₄, car non seulement cette technique est utilisée par de nombreux laboratoires, mais, de plus, le comportement vis-à-vis des techniques de conservation utilisées est différent suivant le liquide extractif employé.

L'ajout du CuSO₄ au CaSO₄ n'ayant pratiquement jamais modifié le comportement du CaSO₄ seul, nous n'en ferons pas mention dans ce qui suit.

2. LA REFRIGERATION.

Cette technique, étudiée uniquement en 1978, montre que, même conservé à 4 °C, un sol évolue. La teneur en azote nitrique change rapidement, il y a augmentation de la teneur pour les sols 2 et 3 et diminution pour le sol 1 (qui était au départ très riche en NO₃). Si le dosage est réalisé dans les 48 heures qui suivent le prélèvement, la différence avec le témoin n'est pas significative.

La teneur en azote ammoniacal varie plus lentement que l'azote nitrique et, si le dosage est effectué rapidement après le prélèvement (moins de 2 jours), la teneur est identique à celle du témoin.

3. LA CONGELATION.

Pour l'azote nitrique, ce mode de conservation donne des évolutions de teneur très importantes pour les trois sols étudiés en 1978 ; de plus, la congélation augmente la dispersion des résultats : le coefficient de variation moyen passe de 4 % pour le témoin à 7,6 % après congélation. En reprenant l'étude en 1979, les conditions d'expérimentation ont été modifiées afin de diminuer au maximum la durée de la congélation et de la décongélation. On constate alors que la dispersion des résultats n'est pas affectée par la congélation (C.V. voisin de 4 %). Par ailleurs, pour les trois sols étudiés avec cette nouvelle technique, les teneurs en N-NO₃ restent stables une fois l'échantillon congelé et on n'observe aucune différence significative avec les témoins, quelle que soit la durée de conservation.

Pour l'azote ammoniacal, la réponse est différente suivant que le liquide extractif est le KCl (N) ou CaSO₄ (0,5 g/l). Dans le cas du KCl, on a une tendance à l'augmentation de la teneur en N-NH₄, toutefois la différence avec le témoin n'est significative que pour le sol 4 au bout de 7 jours de conservation. Avec CaSO₄, l'augmentation de la teneur est plus rapide, et pour les trois sols (4, 5 et 6) est significativement supérieure au témoin au bout de 48 heures de congélation.

Ces constatations nous amènent à penser que la congélation n'empêche pas complètement l'ammonification, et l'utilisation de CaSO₄ comme liquide extractif paraît à proscrire si l'on veut utiliser la congélation comme méthode de conservation.

4. LE SECHAGE (25°, 40° ou 65 °C).

Les résultats des planches 1, 2, 3 et 4 montrent que le fait même de sécher (quelle que soit la température de séchage) un échantillon entraîne une modification extrêmement importante de la teneur en azote minéral (aussi bien NH₄ que NO₃). Dans la plupart des cas, on observe une augmentation de la teneur sauf pour le sol 1 qui était très riche en azote minéral et dont la teneur diminue du fait du séchage.

5. CONSERVATION TERRE + LIQUIDE EXTRACTIF.

On observe systématiquement une baisse très importante de la teneur en nitrate. Cette diminution est atténuée si les échantillons sont conservés à basse température

(planche 1), ou si l'on utilise du KCl (N) comme liquide extractif plutôt que du CaSO₄. Cependant, pour les échantillons conservés à 4 °C dans du KCl, on a une baisse significative de la teneur en NO₃ au bout de 7 jours (et même à partir de 24 heures pour le sol 6).

Parallèlement avec la diminution de la teneur en azote nitrique, on observe une augmentation de la teneur en azote ammoniacal moins rapide pour des conservations à 4° qu'à 22 °C. Cette augmentation est plus importante avec KCl comme liquide extractif qu'avec CaSO₄.

6. CONSERVATION DES FILTRATS (tableaux 3, 4 et 5).

Pour l'azote nitrique, on n'observe aucune différence significative avec le témoin quel que soit le mode de conservation (au réfrigérateur ou à l'air ambiant). On remarque cependant une légère tendance à l'augmentation du NO₃— quand le filtrat est conservé à l'air ambiant (+ 20 °C).

Il n'apparaît aucune différence entre le KCl et le CaSO₄, les deux liquides semblent conserver les filtrats, aussi bien l'un que l'autre.

L'ajout de CuSO₄ au CaSO₄ ne semble apporter aucune amélioration à la conservation des filtrats, sauf à + 4 °C pour la terre 2 où l'on note une baisse importante de la teneur en nitrate dans le CaSO₄ seul, lorsqu'il n'y a aucune différence entre témoin et CuSO₄ + CaSO₄.

III. — DISCUSSION.

Les résultats des essais réalisés en 1978 et 1979 paraissent relativement cohérents.

La conservation des échantillons de sol prélevés en hiver n'est pas facile et aucune méthode testée ne donne entièrement satisfaction. Cependant, on constate à travers cette expérimentation que la conservation au réfrigérateur est une bonne solution si on a besoin de conserver le sol quelques heures. Par contre, au-delà de 2 jours de conservation, les écarts par rapport au témoin sont trop importants pour qu'il soit possible d'utiliser les résultats.

La congélation semble être une méthode plus facilement utilisable quand la durée de conservation est plus longue. Pour donner de bons résultats, des précautions importantes doivent être prises : congélation rapide et décongélation directement dans le liquide extractif. Cependant, cette méthode, qui paraît fiable pour des dosages d'azote nitrique, ne semble pas empêcher complètement l'ammonisation pour certain sol, et par conséquent risque de biaiser les résultats surtout si le liquide extractif est du CaSO₄.

Les techniques de séchage entraînent presque systématiquement des augmentations de teneur en azote minéral. Les écarts par rapport au témoin sont très importants et il ne paraît pas possible d'utiliser de telles méthodes pour faire des dosages d'azote minéral.

La conservation de la terre en contact avec les liquides extractifs étudiés (KCl, CaSO₄ ou CaSO₄ + CuSO₄) ne permet pas de réaliser des dosages d'azote minéral corrects. Quel que soit le type de sol ou le liquide extractif utilisé, on constate une disparition rapide de l'azote nitrique et une augmentation de la teneur en azote ammoniacal.

TABLEAU 3. — Conservation des filtrats en 1978, dosage de NNO_3
Storage of soil extract in 1978, amount of NNO_3

Méthode de conservation	Liquide extractif	Terre n° 1				Terre n° 2				Terre n° 3			
		Date (en jours)	Moyenne mg/100 g	Ecart type	C.V. %	Date (en jours)	Moyenne mg/100 g	Ecart type	C.V. %	Date (en jours)	Moyenne mg/100 g	Ecart type	C.V. %
Témoïn	A	T0	7,26	0,15	2,64	T0	0,95	0,04	3,20	T0	1,01	0,09	5,30
	B	T0	7,32	0,19	3,30	T0	0,80	0,04	8,60	T0	0,94	0,06	8,10
Filtrat (+ 4° C)	A	T0 + 8	6,90	0,40	5,80	T0 + 6	0,57	0,11	19,00	T0 + 6	1,00	0,03	8,70
	B	T0 + 6	6,87	0,32	4,70	T0 + 6	0,79	0,08	10,80	T0 + 6	0,87	0,05	1,10
Filtrat (+ 22° C)	A	T0 + 8	6,99	0,16	2,20	T0 + 6	0,68	0,07	8,20	T0 + 6	0,95	0,06	6,50
	B	T0 + 8	6,86	0,26	3,60	T0 + 6	0,90	0,07	8,00	T0 + 6	0,84	0,11	13,80

A = $CaSO_4$ (0,5 g/l).

B = $CaSO_4$ (0,5 g/l) + $CuSO_4$ (2,5 g/l).

TABLEAU 4. — Conservation des filtrats en 1979, dosage de NNO_3
Storage of soil extract in 1979, amount of NNO_3

Méthode de conservation	Liquide extractif	Date dosage (en jours)	Terre 4			Terre 5			Terre 6			
			Moyenne (mg/l d'extrait)	Ecart type	C.V. %	Moyenne (mg/l d'extrait)	Ecart type	C.V. %	Moyenne (mg/l d'extrait)	Ecart type	C.V. %	
Filtrat (+ 4° C)	Témoïn A	T0	4,80	0,68	14,40	11,56	0,41	3,50	6,53	0,43	6,70	
	A	T0 + 1	4,86	0,66	13,70	10,68	0,39	3,70	6,47	0,41	6,40	
		T0 + 2	5,12	0,71	13,90	10,80	0,33	3,10	6,40	0,40	6,30	
		T0 + 7	4,90	0,68	14,10	11,08	0,30	2,70	6,69	0,42	6,30	
	Témoïn C	T0	4,26	0,37	8,70	10,12	1,08	10,70	6,82	0,28	4,20	
	C	T0 + 1	4,28	0,37	8,60	10,50	1,35	12,90	6,86	0,32	4,70	
		T0 + 2	4,30	0,33	7,90	10,04	0,62	6,20	6,85	0,28	4,20	
		T0 + 7	4,40	0,36	8,20	10,50	0,91	8,70	7,15	0,32	4,50	
	Filtrat (+ 22° C)	A	T0 + 1	4,90	0,64	13,10	10,62	0,33	3,20	6,48	0,42	6,60
			T0 + 2	5,18	0,66	12,90	11,10	0,73	6,80	6,36	0,40	6,40
T0 + 7			5,02	0,67	13,40	11,28	0,40	3,60	6,70	0,44	6,70	
C		T0 + 1	4,32	0,31	7,20	11,72	1,65	15,40	6,85	0,32	4,70	
		T0 + 2	4,41	0,32	7,30	10,24	0,64	6,30	6,86	0,30	4,40	
		T0 + 7	4,48	0,37	8,30	10,66	0,83	7,80	7,27	0,32	4,50	

A = $CaSO_4$ (0,5 g/l).

C = KCl (N).

CONSERVATION DES ECHANTILLONS DE SOL

TABLEAU 5. — Conservation des filtrats en 1979, dosage de NNH_4
Storage of soil extract in 1979, amount of NNH_4

Méthode de conservation	Liquide extractif	Date dosage (en jours)	Terre 4			Terre 5			Terre 6		
			Moyenne (mg/l d'extrait)	Ecart type	C.V. %	Moyenne (mg/l d'extrait)	Ecart type	C.V. %	Moyenne (mg/l d'extrait)	Ecart type	C.V. %
Filtrat (+ 4° C)	Témoin A	T0	0,37	0,13	35,20	2,32	0,20	8,80	0,84	0,15	18,00
	A	T0 + 1	0,38	0,13	34,30	2,16	0,25	11,60	1,02	0,08	8,20
		T0 + 2	0,30	0,10	33,30	2,38	0,21	9,10	0,98	0,08	8,50
		T0 + 7	0,26	0,10	41,70	2,40	0,21	8,80	0,94	0,09	10,20
	Témoin C	T0	1,86	0,08	4,80	8,34	0,68	8,20	4,30	0,75	17,60
	C	T0 + 1	1,86	0,11	6,10	7,34	0,68	9,40	5,06	0,82	16,40
		T0 + 2	1,86	0,08	4,80	8,76	0,53	6,10	5,38	0,85	15,80
		T0 + 7	1,94	0,09	4,60	8,08	0,61	7,60	5,32	0,64	12,10
	Filtrat (+ 22° C)	A	T0 + 1	0,32	0,10	34,20	2,10	0,25	12,10	1,01	0,07
T0 + 2			0,30	0,07	23,60	2,38	0,23	10,00	1,04	0,16	16,10
T0 + 7			0,16	0,11	71,30	2,22	0,19	8,70	0,78	0,10	14,00
C		T0 + 1	1,90	0,12	6,40	7,36	0,70	9,50	5,34	0,83	15,60
		T0 + 2	2,00	0,18	9,40	8,68	0,55	6,40	5,56	0,64	11,60
		T0 + 7	1,88	0,21	11,50	7,94	0,58	7,40	5,22	0,55	10,60

A = $CaSO_4$ (0,5 g/l).

C = KCl (N).

Enfin, la conservation des filtrats peut être une bonne solution puisqu'une fois filtré, l'échantillon paraît stable. Il faut cependant remarquer que, dans la pratique, cette technique pose des problèmes car toute la préparation de l'échantillon doit être réalisée immédiatement après le prélèvement et seul le dosage peut être différé. On a remarqué pratiquement aucune différence entre les divers liquides extractifs utilisés.

TABLEAU 6. — *Résumé des résultats*

Méthode de conservation	Dosage effectué			
	NO ₃		NH ₄	
	0 à 48 h	48 h à 7 j	0 à 48 h	48 h à 7 j
Réfrigération	Bon	Mauvais	Bon	Mauvais
Congélation	Bon	Bon	Bon	Moyen
Séchage	Mauvais	Mauvais	Mauvais	Mauvais
Terre + liquide extractif	Moyen*	Mauvais	Mauvais	Mauvais
Filtrats	Bon	Bon	Bon	Bon

* Uniquement avec KCl comme liquide extractif et 4 °C.

IV. — CONCLUSION.

L'objet de cette étude était de trouver une bonne méthode permettant de conserver un échantillon de sol entre le moment du prélèvement et le moment du dosage au laboratoire. Les résultats de ces essais permettent de faire trois propositions suivant la possibilité matérielle et le temps de conservation souhaité :

- Pour des périodes courtes (inférieures à 2 jours), la conservation à + 4 °C est une méthode relativement fiable ;
- Pour une conservation de plus longue durée, la congélation est préférable seulement si elle est réalisée dans des conditions très strictes (congélation et décongélation rapides) ;
- Si la préparation de l'échantillon et l'extraction peuvent être réalisées immédiatement après le prélèvement, il est possible de conserver sans risque les filtrats pour différer le dosage.

Un schéma des méthodes utilisables est présenté ci-après.

Méthode de conservation	Mode opératoire	
	Préleveur	Laboratoire
Réfrigération	Classique	Prévoir un plan de charge précis. Stockage impossible
Congélation	- Pots tarés + 150 g terre fraîche - Congeler dans les 6 h - Congeler en moins d'une heure	Stockage au congélateur possible - mesure du poids de terre fraîche. Décongélation par ajout du liquide extractif
Filtrats	Demande du matériel du labo. sur place - manipulation délicate	Stockage facile

SUMMARY

PRESERVATION OF SOILS SAMPLES FOR MINERAL NITROGEN ANALYSIS

Analysis of soils for mineral N is complicated by the fact that the amount changes very fast during the transport and the storage of the samples. We study the effects of several pretreatments and storage conditions on six clay-loam soils: refrigerator (+ 4°C), deep freezing (- 10°C and - 24°C), air drying at room temperature (25°C), oven drying (40°C and 65°C), moist soil plus extracting solution stored at 4°C and 22°C; soils extracts have been stored at 4° and 22°C. Three extracting solutions were used: NKCl, CaSO₄ (0,5 g/l), CaSO₄ (0,5 g/l) + CuSO₄ (2,5 g/l). The times of storage were between one day to 22 days.

Storage at 4°C preserve sample during 48 hours. The whole drying methods increase mineral N. Cold storage preserve sample if the freezing is very quick (less than one hour) and sample directly defreezed in the extracting solution. When the samples of soils are stored in contact with the extracting solution, the amount of N-NO₃ is decreasing quickly and the N-NH₄ is increasing especially with CaSO₄ as extracting solution. Soils extracts are easily preserved unaltered during 20 days, a low temperature (4°C) of storage seems to be better.

Three methods can be used to preserve soils samples for N mineral analysis: storage at 4°C if it is less than 48 hours, freezing (with some special care) if the storage is longer than 2 dyas.

Références bibliographiques

- BOIFFIN J. (1975). — Conservation des échantillons de sol avant dosage de l'azote nitrique. Document polycopié. Chaire d'Agriculture de l'I.N.A.
- BREMMER (1965). — Methods of soil analysis (C.A. Black et al.; Series Agron. n° 9, published by Am. Soc. Agron. Inc., Madison, Wisc., U.S.A., vol. 21).
- COLLIER (1969). — Essai de synthèse sur la cinétique de la minéralisation de l'azote humique des sols et applications, C.N.R.A., Clermont-Ferrand.
- HEBERT et KOTTELANE (1965). — Les fluctuations rapides de l'azote minéral dans le sol et leurs conséquences agronomiques. Ann. Inst. Pasteur, t. 109, pp. 116, 183.
- LEWIS (1961). — Determination of inorganic nitrogen in soil. J. Sci. Food Agr. 12, 735-742.
- NELSON et BREMMER (1972). — Preservation of soil samples for inorganic nitrogen analyses. Agronomy Journal, 64, pp. 196-199.
- OIEN et SELMER-OLSEN (1972). — Nitrate determination in soil extracts with the nitrate electrode. Analyst, 94, pp. 888-894.
- ROBINSON J.B.D. (1967). — The preservation unaltered of mineral nitrogen in tropical soils and soils extracts. Plant and soil, 27, 1, 53-80.
- SELMER-OLSEN, OIEN, BAERUG et LYNGSTAD (1971). — Pretreatment and storage of soil samples prior to mineral nitrogen determination. Acta Agricultural Scandinavica 21, 57, 63.
- SHING et KANEHIRO (1970). — Changes in available nitrogen content of soils during storage (in soils and fertilizers). Association Française pour l'Etude du Sol - www.afes.fr - 2010

PLANCHE 1. — Evolution des échantillons en fonction des méthodes de conservation
 Change of N-NO₃ in soil sample with several methods of storage (1978 trials)

Dosage N-NO₃ - Essais 1978

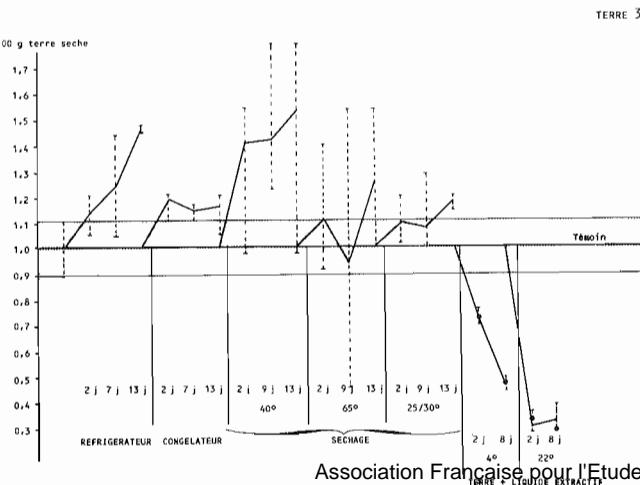
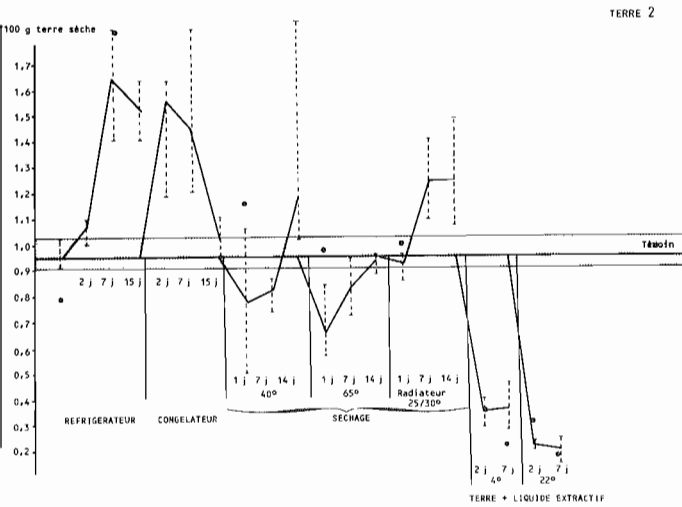
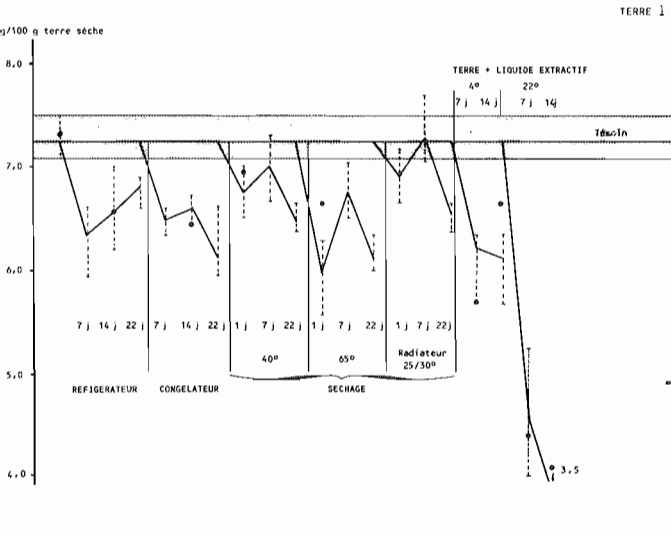
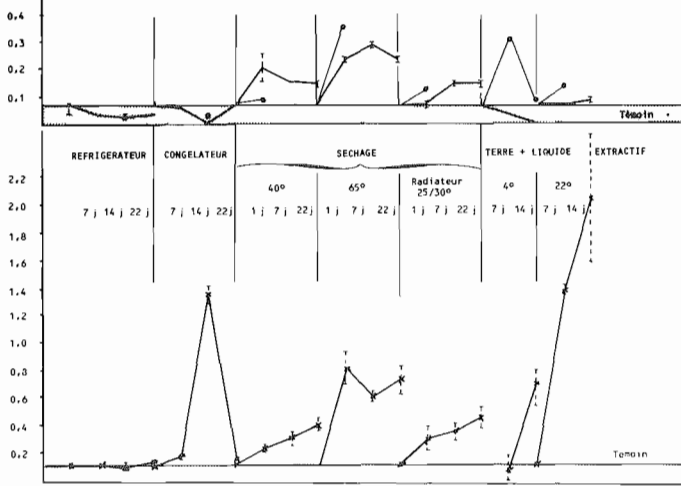


PLANCHE 2. — Evolution des échantillons en fonction des méthodes de conservation
 Change of N-NH₄ in soil sample with several methods of storage (1978 trials)

Dosage N-NH₄ - Essais 1978

mg/100 g terre sèche

TERRE 1

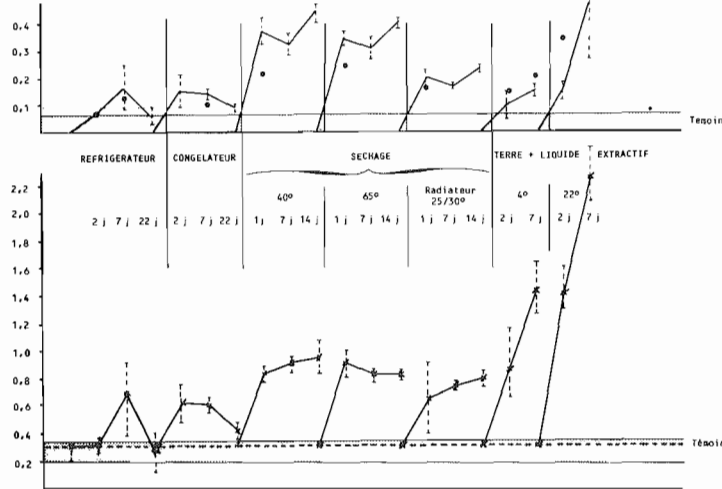


Légende :

- Liquide extractif A
CaSO₄
- Liquide extractif B
CaSO₄ + CuSO₄
- × Liquide extractif C
KCl (N)
- T I Valeurs extrêmes

mg/100 g terre sèche

TERRE 2



mg/100 g terre sèche

TERRE 3

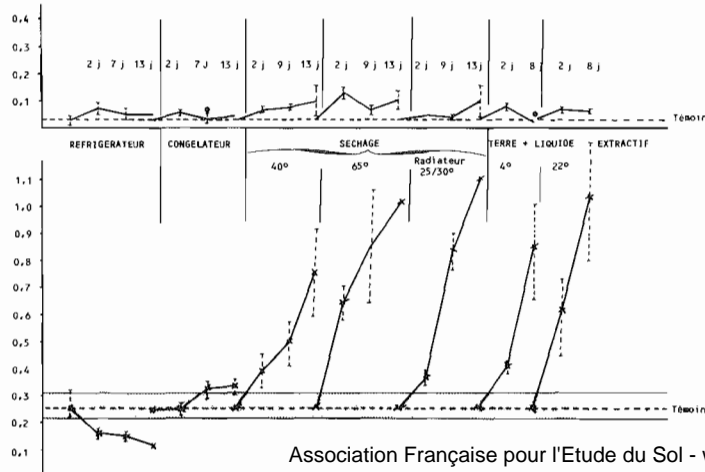
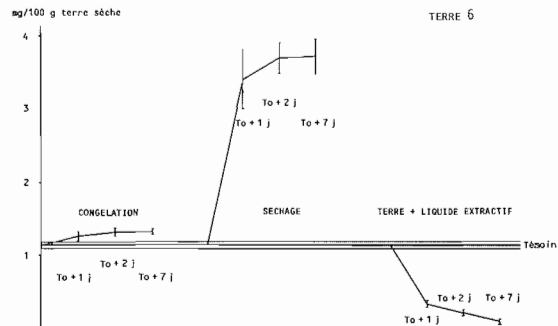
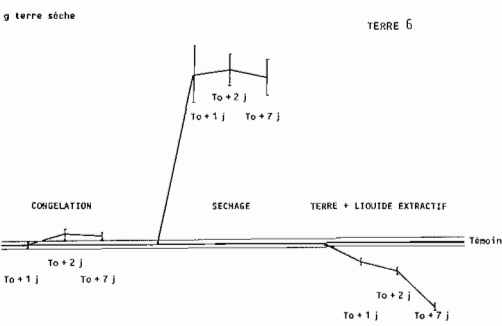
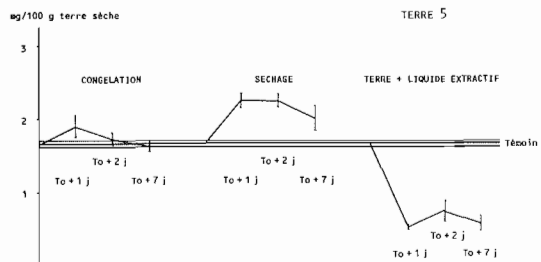
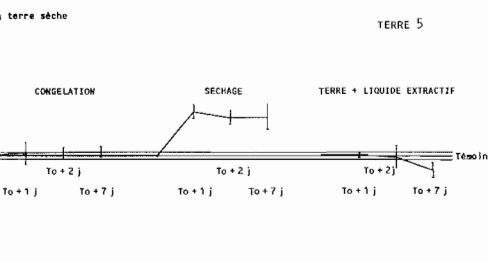
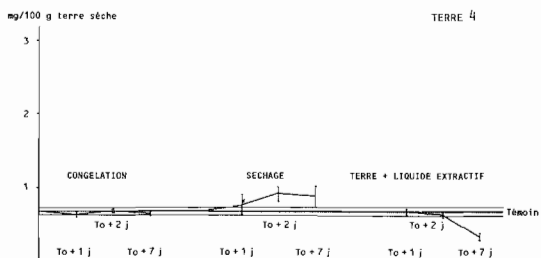
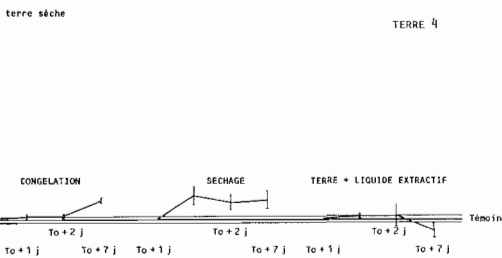


PLANCHE 3. — Evolution des échantillons en fonction des méthodes de conservation
Change of $N-NO_3$ in soil sample with several methods of storage (1979 trials)

Dosage $N-NO_3$ - Essais 1979

Liquide extractif KCl (N)

Liquide extractif $CaSO_4$



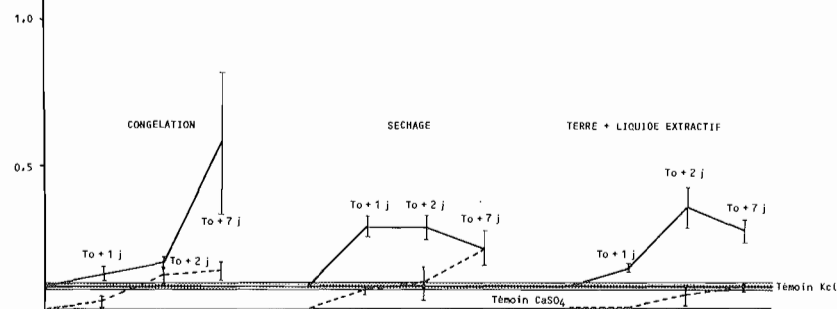
Légende : Intervalle de confiance

PLANCHE 4. — Evolution des échantillons en fonction des méthodes de conservation
 Change of $N-NH_4$ in soil sample with several methods of storage (1979 trials)

Dosage $N-NH_4$ - Essais 1979

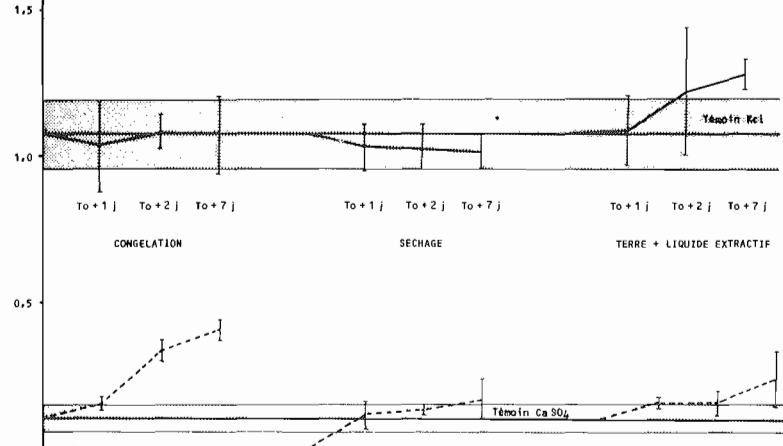
TERRE 4

mg/100 g terre sèche



TERRE 5

mg/100 g terre sèche



Légende :

-- liquide extractif $CaSO_4$

— liquide extractif KCl (N)

┌ Intervalle de confiance

mg/100 g terre sèche

TERRE 6

